



भारत का राजपत्र The Gazette of India

असाधारण

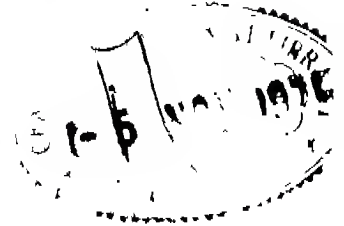
EXTRAORDINARY

भाग II—खण्ड 3—अपखण्ड (i)

PART II—Section 3—Sub-section (i)

प्राधिकार से प्रकाशित

PUBLISHED BY AUTHORITY



सं० 350] नई दिल्ली, बुधवार, अश्विन 27, 1976/कार्तिक 5, 1898
No. 350] NEW DELHI, WEDNESDAY, OCTOBER 27, 1976/KARTIKA 5, 1898

इस भाग में भिन्न पृष्ठ संख्या दी जाती है जिससे कि यह अलग संकलन के रूप में रखा जा सके।

Separate paging is given to this Part in order that it may be filed
as a separate compilation

MINISTRY OF AGRICULTURE & IRRIGATION

(Department of Agriculture)

ORDER

New Delhi, the 27th October 1976

G.S.R. 854(E).—In exercise of the powers conferred by Section 3 of the Essential Commodities Act, 1955 (10 of 1955), the Central Government hereby makes the following order further to amend the Fertiliser (Control) Order, 1957, namely:—

1. (1) This Order may be called the Fertiliser (Control) Eighth Amendment Order, 1976.

(2) It shall come into force on the date of its publication in the Official Gazette.

2. In Schedule II to the Fertiliser (Control) Order, 1957, after the heading "C. Method of sampling and analysis of Anhydrous Ammonia" and the entries relating thereto, the following heading and entries shall be inserted, namely:—

"D. ANALYSIS OF ZINC SULPHATE, AGRICULTURAL GRADE

Quality of Reagents: Pure chemicals and distilled water shall be used in tests.

NOTE.—'Pure chemicals' shall mean chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis.

I. DETERMINATION OF MATTER INSOLUBLE IN WATER

Reagent: Dilute Sulphuric Acid—10 per cent.

Procedure: Dissolve 25.0 g of the material in 125 ml of water and add 1 ml of dilute sulphuric acid. Heat the solution to boiling. Filter through a weighed and prepared Gooch crucible or sintered glass crucible (G No. 4) and wash the residue thoroughly with hot water. Dry the crucible at $110^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$ to constant mass.

Calculation

Matter insoluble in water, per cent by mass weight = $4A$

where

A = weight in g of the residue.

II. DETERMINATION OF ZINC

Reagents

- (a) *Disodium Ethylenediamino Tetra-Acetate (EDTA) Solution.*—Dissolve 18.6 g of disodium ethylenediamine tetra-acetate dihydrate in water and make up the volume to 1 litre in a volumetric flask.
- (b) *Standard Zinc Solution.*—Weigh 1.250 g of reagent grade zinc metal, dissolve in 20 ml of hydrochloric acid (1 : 1) and make up to 500 ml in a volumetric flask.
- (c) *Ammonium Hydroxide*—20 per cent (m/m).
- (d) *Eriochrome Black-T Indicator.*—Mix thoroughly 1 g of eriochrome black-T with 100 g of sodium chloride.
- (e) *Ammonium Chloride*
- (f) * *Sodium Cyanide*
- (g) *Formaldehyde Solution.*—Dilute 1 volume of formaldehyde 36 per cent (m/v) with 8 volumes of water.

Procedure

1. *Standardization of EDTA Solution.*—Pipette 50 ml of standard zinc solution into a 600-ml beaker. Add ammonium hydroxide until a permanent precipitate is formed, followed by 10 ml more of the alkali. Dilute to 500 ml and add a few specks of the indicator. Titrate the red solution with EDTA solution to a clear blue end-point.

2. Dissolve 0.5 g of the material, accurately weighed, in about 25 ml of water and add 0.1 g of ammonium chloride and 0.5 of sodium cyanide. Add more cyanide if the precipitate formed does not dissolve completely. Add approximately 75 ml of water and 10 to 20 ml of ammonium hydroxide. Add sufficient amount of eriochrome black T indicator to produce a red colour (only a few specks are required) and stir until dissolved. Add 20 ml of formaldehyde solution and titrate with EDTA solution to a clear blue end-point (it is important to carry out the titration immediately after addition of formaldehyde solution).

Calculation

$$\text{Zinc (as Zn), per cent by mass} = 12.5 \frac{\frac{V_1}{M}}{V_2}$$

where

V_1 = Volume in ml of EDTA solution used with the material in 2,

V_2 = Volume in ml of EDTA solution used with standard zinc solution in 1, and

M = mass in g of the material taken for the test.

*To be used with extreme care.

III. COLORIMETRIC METHOD FOR DETERMINING OF COPPER

Outline of the Method.—Sodium diethyldithio carbonate reacts with slightly acidic or ammonical solution of copper in low concentration to produce a brown colloidal suspension of the cupric diethyldithiocarbamate extracted determined spectrophotometrically.

Apparatus

photometer: Any suitable photoelectric colorimeter.

Reagents

(i) *Ammonium Citrate Solution*—40 per cent (m/v).

(ii) *Sodium Diethyldithiocarbamate Solution*—0.1 per cent (m/v.)

(iii) *Standard Copper Solution*—Clean the surface of a copper wire with sand paper. Dissolve 100 mg of pure copper in dilute nitric acid. Heat the solution nearly to dryness to drive off the acid. Add about 10 ml of water and heat again nearly to dryness. Take up the residue in water, add 25 ml of 1N sulphuric acid and dilute to 1,000 ml. One millilitre of this solution contains 0.1 mg of copper (as Cu).

Alternatively, dissolve 3.928 g of cupric sulphate ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) in sufficient water containing 1 or 2 ml of concentrated sulphuric acid and dilute to 1000 ml. One millilitre of the solution contains 1.0 mg of copper (as Cu).

(iv) *Ammonium Hydroxide*—18 N.

(v) *Carbon Tetrachloride*

III (a) PREPARATION OF THE SAMPLE

Weigh 5 g of sample accurately, dissolve in distilled water and add 1 ml of sulphuric acid. Filter the solution and make up to 250 ml with water in a volumetric flask. Take 50 ml of the above solution in a beaker, heat, pass hydrogen sulphide gas or add sodium sulphide solution and ensure complete precipitation. Filter hot and keep the filtrate for subsequent analysis.

III-a. 1—Boil the residue with dilute nitric acid and filter, if necessary. To the filtered solution add sulphuric acid, evaporate, dilute and filter. Keep the residue for determination of lead.

III-b. PROCEDURE FOR DETERMINATION OF COPPER

Determine copper in the filtrate from III-a-1 above by diethyldithiocarbamate method as detailed below:—

Transfer an aliquot containing not more than 0.05 mg of copper to a 100-ml separating funnel. Add 2 ml of ammonium citrate solution and adjust the pH to 8.5 with ammonium hydroxide. The presence of ammonium ions helps to deionize iron, if present, and to prevent rapid fading of developed colour. Add 10 ml of sodium diethyldithiocarbamate solution and develop the colour. Extract the coloured complex with 5 to 10 ml of carbon tetrachloride. Separate the carbon tetrachloride layer from aqueous layer and centrifuge for 5 minutes to separate the water droplets. Transfer the carbon tetrachloride solution to a photometric cell and measure its absorbance at the wave length of maximum absorption, 440 mμ relative to reagent blank. Calculate the corrected absorbance by subtracting the reading obtained for the solution containing no copper.

Transfer to a series of 100-ml separating funnels aliquots of standard copper solution corresponding to 0, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 2.5 mg of copper and proceed exactly as prescribed above. Plot a graph of corrected absorbance of solutions against their copper contents.

NOTE.—If bismuth is suspected, it has to be separated or otherwise accounted for.

Calculation

Calculate the corrected absorbance by subtracting the value obtained for the blank from that obtained for the test solution and read from the calibration curve the corresponding mass of copper.

$$\text{Copper (as Cu), per cent by mass} = \frac{M_1}{M_2} \times 100$$

where

M_1 = mass in g of copper as determined in the given aliquot of the test solution, and

M_2 = mass in g of the material present in the aliquot of the test solution.

IV. DETERMINATION OF LEAD BY COLOROMETRIC METHOD USING DITHIZONE

Apparatus

Nessler Cylinders—50 ml capacity.

Reagents

1. *Standard Lead Solution*—Dissolve 0.40 g of the lead nitrate $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ in water containing 2 or 3 ml of concentrated nitric acid and make up the volume to 1000 ml with water. Transfer 10 ml of this solution to a volumetric flask, add 2 or 3 ml of concentrated nitric acid and dilute with water to 1000 ml. One millilitre of this solution contains 2.5 ug of lead (as Pb). The diluted solution shall be freshly prepared.

2. *Dilute Ammonium Hydroxide*—1N, approximately.

3. *Reagent A*—Dissolve 25 g of triammonium citrate or 22 g of citric acid and 4 g of hydroxylamine hydrochloride in about 200 ml of water. Add dilute ammonium hydroxide to bring the pH to 8.5. Dilute the solution to 500 ml. Purify this solution by extracting with 15 ml portions of 0.01 per cent dithizone solution until the final colour of the dithizone extract is green. Wash the aqueous remainder portion three times with 25 ml portions of chloroform and finally with one 25 ml portion of carbon tetrachloride.

4. *Dithizone (Diphenyl thiocarbazon or phenylazothiomofomic Acid) solution*—Dissolve 0.01 g of dithizone in 100 ml of carbon tetrachloride, shaking intermittently for 1 hour. Allow to stand overnight and shake once again before using. This shall be kept in a cool and dark place. This gives a 0.01 per cent solution. Filter, if necessary. Dilute 10 ml of this solution to 100 ml with carbon tetrachloride in a 100-ml volumetric flask. This shall be prepared fresh before determination. This gives a solution of 0.001 per cent.

NOTE 1.—Carbon tetrachloride used should be further purified. One litre of carbon tetrachloride is extracted with two portions of 25 ml dilute ammonium hydroxide and then kept over 100 g of activated carbon. Before use, it is decanted and distilled at about 80°C over a little fresh lime.

NOTE 2.—Sometimes dithizone solid and its 0.01 per cent solutions deteriorate on storage. The 0.01 per cent solution should therefore, be tested before further dilution, by shaking 2 ml of the solution with 5 ml of 1 per cent ammonium hydroxide. If the organic layer is only faintly yellow under these conditions, the solution may be used. If it is deeply coloured it shall be discarded and fresh solution be prepared. The solution as well as the reagent should be stored in a refrigerator and exposure to sunlight should be avoided during analytical work. To increase the stability of 0.01 per cent solution, it should be covered with a thin aqueous layer saturated with sulphur dioxide.

5. *Thymol Blue Indicator Solution*—1 per cent (m/v) solution in rectified spirit.

Procedure

1. Take several aliquots of standard lead solution into a series of separating funnels, add 5 ml of the water and 10 ml of the reagent A. Then add 2 drops thymol blue indicator and bring the pH of the solution to 8.5 by addition of dilute ammonium hydroxide. Add 5 ml of the dithizone solution and shake well for about 10 seconds. Drain the organic layers into stoppered Nessler cylinders.

2. Dissolve the residue obtained in III-a-1 above, in dilute nitric acid and dilute with water. Take a suitable aliquot of the solution and transfer to a separating funnel. Develop the colour as prescribed above. Drain the organic layer into a stoppered Nessler cylinder, add 10 ml of dilute ammonium hydroxide, and shake for about 10 seconds. Compare the colour developed with those of the standard solutions. Note the volume of the standard with which the colour of the test solution matches.

NOTE.—If the colour of the test solution is intermediate between two standard solutions, then the experiment is repeated by taking more number of standard solutions in that range and exact colour matching is arrived at.

Calculation

$$\text{Heavy metals (as Pb), per cent by mass} = \frac{100 \text{ V X f}}{\text{M}}$$

where

V = Volume in ml of standard lead solution matching with the test solution,

f = mass in g of heavy metals (as Pb) equivalent to 1 ml of standard lead solution, and

M = mass in g of the material in the aliquot taken for the test.

V. DETERMINATION OF MAGNESIUM IN THE SAMPLE MATERIAL

Reagents

(a) *Eriochrome Black T Indicators*.—Dissolve 0.1 g of eriochrome black T in 25 ml of methyl alcohol.

(b) *Ammonium Hydroxide-Ammonium Chloride Buffer Solution*.—Mix 350 ml of ammonium hydroxide (20 per cent w/w) with 54 g of ammonium chloride. Dilute with water and make up the volume to 1000 ml (The pH of the solution should be not more than 10).

(c) *Standard Magnesium Solution*.—0.01 M. Weigh 2.4640 g of magnesium sulphate ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) and dissolve it in water. Make up the volume to one litre.

(d) *Ethylenediamine Tetra-Acetate (EDTA) Solution*.—Dissolve 3.72 g of disodium ethylenediamine tetra-acetate dihydrate in water and make up the volume to one litre.

Procedure

Standardization of EDTA Solution—Take 10 ml of standard magnesium solution in a conical flask. Add 20 ml of water, one millilitre of eriochrome black T indicator and 25 ml of ammonium hydroxide-ammonium chloride buffer solution. Heat to 40° to 50° C and then titrate with EDTA solution, maintaining the temperature between 40° and 50° until the colour changes from wine red to distinct blue.

$$\text{Molarity of EDTA solution} = \frac{10M_1}{V_1}$$

where

M_1 = molarity of standard magnesium solution, and

V_1 = Volume in ml of EDTA solution used for titration.

Determination of Magnesium in the sample material.—Take the filtrate from III—a (after removal of copper) add a few drops of concentrated nitric acid, boil and cool and then add solid ammonium chloride (about 2 grams), boil and cool, add ammonium-hydroxide till the strong smell of ammonia comes and filter the precipitate through sintered crucible, take this filtrate and add dilute sulphuric acid till the solution is acidic (test with methyl red), heat the solution to boil and add excess of di-ammonium-hydrogen phosphate with continuous stirring. Add 10 per cent ammonia solution with continuous stirring till the solution is just alkaline (test with methyle red) white precipitate of zinc ammonium phosphate will be formed (the optimum pH for precipitation is 6-7) allow it to stand for 3-4 hours. Filter through hatman filter paper no. 40. Collect the filtrate in a volumetric flask. Make up the volume (say 100 ml.). Take a suitable Aliquote (say 10 ml) for the determination of magnesium. Add 20 ml of water, one ml of eriochrome black-T indicator and 20 ml of ammonia hydroxide-ammonia chloride buffer solution. Heat to 40° to 50° C and titrate with standard EDTA solution, maintaining the temperature between 40° and 50° C until the colour changes from wine red to distinct blue.

1ml of 0.01M-EDTA = 0.2432 mg of 'Mg'

$$\text{Mg} = \frac{x \times 0.2432}{5}$$

where

x = volume of 0.1M-EDTA used for titration.

The calculation factor 5 is derived presuming that 5 g of material is taken for test and the filtrate obtained is 100 ml out of which 10 ml is titrated.

VI. DETERMINATION OF PH

Dissolve 5 gm of the material in freshly boiled and cooled water. Dilute to 25 ml and mix. Determine the pH value of the solution with a pH meter."

[No. 10-11/76-STU]

P. S. KOHLI, Jt. Secy.

कृषि और सिंचाई मन्त्रालय

(कृषि विभाग)

आदेश

नई दिल्ली, 27 अक्टूबर, 1976

सा० का० नि० 854 (अ).—केन्द्रीय सरकार, आवश्यक वस्तु अधिनियम, 1955 (1955 का 10) की धारा 3 द्वारा प्रदत्त शक्तियों का प्रयोग करते हुए, उर्वरक (नियंत्रण) आदेश, 1957 में और संशोधन करने के लिए निम्नलिखित आदेश करती है, अर्थात्—

1. (1) इस आदेश का नाम उर्वरक (नियंत्रण) आठवां संशोधन आदेश 1976 है।

(2) यह राजपत्र में प्रकाशन की तारीख को प्रवृत्त होगा।

2. उर्वरक (नियंत्रण) आदेश, 1957 की अनुसूची ii में, “ग. एन हाइड्रस अमोनिया के प्रतिचयन और विश्लेषण की पद्धति” शीर्षक और उससे संबंधित प्रविष्टियों के पश्चात् निम्नलिखित शीर्षक और प्रविष्टियाँ अन्तःस्थापित की जाएंगी, अर्थात्—

घ. जिंक सल्फेट, कृषि श्रेणी का विश्लेषण

अभिकर्मकों की क्वालिटी :

परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और आसुत जल को उपयोग में लाया जायेगा।

टिप्पण :—‘शुद्ध रसायन’ से ये रसायन अभिप्रेत होंगे जिनमें वे अपद्रव्य नहीं हैं जिनसे विश्लेषण के परिणामों पर प्रभाव पड़ता है।

I. जल में अविलेय पदार्थ का अवधारण

अभिकर्मक :

तनु सल्फ्यूरिक अम्ल—10 प्रतिशत

प्रक्रिया :

द्रव्य के 25.0 ग्राम को जल के 125 मि०ली० में घोलिए और तनु सल्फ्यूरिक अम्ल का एक मि०लि० मिलाइए। घोल को उबलने तक गर्म कीजिए। तैले और तैयार किए हुए गूच मूषा या सिट्रिस्ट कांच की मूषा (जी० संख्या 4) में से छानिए तथा अवशेष को गर्म जल से पूर्णतया प्रक्षालन कीजिए। मूषा को $110^{\circ} \pm 5^{\circ}$ से० ग्रे० पर स्थिर द्रव्यमान तक सुखाइए।

परिकलन :

जल में अविलेय पदार्थ, द्रव्यमान भार द्वारा प्रतिशत = 4ए

जहां—

ए = अवशेष का ग्राम में भार

II. जस्ते का व्यवधान

अभिकर्मक :

- (क) डाइसोडियम एथिलीन डाइ-अमीन टेट्रा-एसेटेट (ई डी टी ए) घोल.—डाइसोडियम एथिलीन डाइ-अमीन टेट्रा-एसेटेट डाइहाइड्रेट के 18.6 ग्राम को जल में घोलिए और मात्रा को अनुमापी फ्लास्क में एक लिटर तक कर लीजिए।
- (ख) मानक जस्ता घोल.—अभिकर्मक श्रेणी जस्ता धातु के 1.25 ग्राम को तौलिए, हाइड्रोक्लोरिक अम्ल के 20 मि० लि० (1:1) में घोलिए तथा अनुमापी फ्लास्क में 500 मि० लि० तक कर लीजिए।
- (ग) एमोनियम हाइड्रोक्साइड—20 प्रतिशत (एम/एम)।
- (घ) एरिथ्रोक्रोम ब्लेक टी इंडीकेटर.—एरिथ्रोक्रोम ब्लेक टी के एक ग्राम को सोडियम क्लोराइड के 100 ग्राम के साथ पूर्णतया मिश्रित कीजिए।
- (ङ) एमोनियम क्लोराइड
- (च) सोडियम साइनाइड
- (छ) फोरमलडिहाइड घोल.—फोरमलडिहाइड 36 प्रतिशत (एम/वॉ) की एक मात्रा का जल को आठ मात्राओं के साथ तनुकरण कीजिए।

प्रक्रिया :

1. ई डी टी ए घोल का मानकीकरण.—मानक जस्ता घोल के 50 मि० लि० को 600 मि० लि० बीकर में पीपेट कीजिए। तब तक एमोनियम हाइड्रोक्साइड मिलाइए जब तक कि अवक्षेप न बने, तत्पश्चात् क्षार का 10 मि० लि० और मिलाइए। 500 मि० लि० तक तनुकरण कीजिए तथा इंडीकेटर के कुछ कण मिलाइए। लाल घोल को ई डी टी ए घोल के साथ स्पष्ट नोले अन्य बिन्दु तक अनुमापित कीजिए।

2. सहो तोले गए द्रव्य के 0.5 ग्राम को जल के लगभग 25 मि० लि० में घोलिए और एमोनियम क्लोराइड का 0.5 ग्राम और सोडियम साइनाइड का 0.5 ग्राम मिलाइए। साइनाइड और मिलाइए यदि उठा हुआ अवक्षेप पूरी तरह से घुल नहीं जाता है। 75 मि० लि० जल तथा एमोनियम हाइड्रोक्साइड का 10 से 20 मि० लि० मिलाइए। एरिथ्रोक्रोम ब्लेक टी इंडीकेटर को पर्याप्त मात्रा में मिलाइए ताकि लाल रंग हो जाए (केवल कुछ कणों की ही आवश्यकता होती है तथा तब तक हिलाइए जब तक घुल न जाए। फोरमलडिहाइड घोल के 20 मि० लि० मिलाइए तथा ई डी टी ए घोल के साथ स्पष्ट नोले अन्त्य बिन्दु तक अनुमापित कीजिए। फोरमलडिहाइड घोल के मिलाने के पश्चात् तुरन्त ही अनुमापन करना आवश्यक है)।

परिकलन :

$$\text{जस्ता द्रव्यमान द्वारा प्रतिशत} = \frac{\text{बी}_1}{\text{बी}_2} \times \text{एम}$$

जहाँ—

बी 1. = 'दो' में द्रव्य के साथ उपयोग किए गए इ डी टी ए की मि० लि० में मात्रा

बी 2. = मानक जस्ता धोल के साथ 'एक' में उपयोग किए गए इ डी टी ए धोल को मि० लि० में मात्रा, तथा

एम = परीक्षण के लिए गए द्रव्य की ग्राम में द्रव्यमान।

III. ताम्र के अवधारण के लिए वर्णमितीय पद्धति :

पद्धति की रूपरेखा :

सोडियम डाइएथाइल-डाइथायो कार्बमेट में ताम्र के किंचित अम्लीय या अमोनीय वम सांद्रण धोल से अधिक अभिक्रिया होती है तथा क्यूप्रिय डाइएथाइल-डाइथायो कार्बमेट का ब्राउन कोलाइडी निलम्बन उत्पन्न होता है।

निलम्बन को किसी कार्बनिक विलायक से निष्कर्षित किया जा सकता है तथा निष्कर्षित रंग को स्पेक्ट्रममितितीयतः अवधारित किया जाता है।

उपकरण :

क्रोमोटोर.—कोई उपयुक्त प्रकाश विद्युत वर्धमापी

अभिकर्मक :

- (i) अमोनियम साइट्रेट धोल—40 प्रतिशत (एम/वी)
- (ii) सोडियम डाइएथाइल-डाइ थायो कार्बमेट धोल—0.1 प्रतिशत (एम/वी)
- (iii) मानक ताम्र धोल किसी ताम्र तार की सतह को रेगमाल से साफ़ कीजिए। शुद्ध ताम्र के 100 मि० ग्राम तनु नाइट्रेट अम्ल में धोलिए। यहाँ तक गर्म कीजिए कि अम्ल उड़ जाए और लगभग शुष्कता आ जाए। लगभग 10 मि० लि० जल मिलाइए और पुनः गर्म करके लगभग सूखा लीजिए। अवशेष को जल में रखिए। एन सल्फ्यूरिक अम्ल के 25 मि० लि० मिलाइए तथा 1000 मि० लि० तक तनुकृत कीजिए। इस धोल के 1 मि० लि० में ताम्र (सी यू) का 0.1 मि० ग्राम होता है।
अनुकल्पतः, कुप्रि क सल्फेट (सी यू एस ओ, 5 एच, ओ) के 3.928 ग्राम को पर्याप्त जल में धोलिए जिसमें सांद्रित सल्फ्यूरिक अम्ल के 1 या 2 मिलीलिट्र हो तथा 100 मि० लि० तक तनुकृत कीजिए। धोल के 1 मि० लि० में ताम्र (सी यू) का 1.0 मि० ग्राम होता है।
- (iv) अमोनियम हाइड्रोजेनसल्फाइड—18 एन
- (v) कार्बन टेट्राक्लोराइड

III (क) नमूने का तैयार किया जाना

नमूने के 5 ग्राम को सही सही तोलिए, आसुत जल में धोलिए और सल्फ्यूरिक एसिड का 1 मि० लि० मिलाइए। धोल को छानिए अनुमापी फ्लास्क में जल से 250 मि० लि० तक भर लीजिए। उपर्युक्त धोल के 50 मि० लि० बीकर में लीजिए, गर्म कीजिए, हाइड्रोजन सल्फाइड गैस चलाइए

या सोडियम सल्फाइड धोल मिलाइए तथा पूर्ण अवक्षेपण सुनिश्चित कीजिए। गर्म गर्म ही छानिए और छाने हुए भाग को बाद के विश्लेषण के लिए रखिए।

IIIक 1. अवशिष्ट को तो अनु नाइट्रिक अम्ल के साथ उबालिए तथा यदि आवश्यक हो तो छान लीजिए। छाने हुए घोल में सल्फ्यूरिक अम्ल मिलाइए, वाष्पित कीजिए, तनूकृत कीजिए और छानिए। अवशिष्ट को सीसे के अवधारण के लिए रखिए।

IIIख ताम्र के अवधारण के लिए प्रक्रिया :

ऊपर IIIक 1 से निस्पंद में डाइएथाइल डाईथायोकार्बोमेट पद्धति से ताम्र का अवधारण कीजिए जिसका ब्योरा नीचे दिया गया है :—

एक अशेष भाजक को जिसमें 0.05 मि० ग्रा० से अनधिक ताम्र हो, 100 मि० लि० पृथक्कारी फनल में अन्तर्लित कीजिए। अमोनियम साइट्रेट घोल का 2 मि० लि० मिलाइए तथा पी एच को अमोनियम डाइड्रोक्साइड से 8.5 तक समायोजित कीजिए। अमोनियम आयनों की उपस्थिति लोहे को यदि उपस्थिति हो विभ्रामित करने तथा विकसित रंग के शीघ्र ही स्थान होने को रोकने में सहायता करती है। सोडियम डाइएथाइल-डाईथायोकार्बोमेट घोल के 10 मिली लिटर को मिलाइए और रंग को विकसित कीजिए। रंजित संकर को कार्बन टेट्राक्लोराइड के 5 से 10 मि० लि० से निष्कषित कीजिए। कार्बन टेट्राक्लोराइड परत को जलीय परत से पृथक् कीजिए तथा जल बिन्दुकों को पृथक् करने के लिए पांच मिनट तक उप केन्द्रित कीजिए। कार्बन टेट्राक्लोराइड घोल को प्रकाशमापीय सेल में अन्तर्लित कीजिए और अधिकतम अवशोषण के तरंग दें, अभिकर्मेक ब्लैक से सापेक्ष 440 मिली म्यू पर, उसके अवशोषांक को नापिए। ऐसे घोल के लिए जिसमें कोई ताम्र न हो, अभिप्राप्त पठनांक को घटा कर शुद्धीकृत अवशोषणांक का परिकलन कीजिए।

ताम्र के 0, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 तथा 2.0 मि० ग्राम के तत्स्थानी मानक ताम्र घोल के अशेष भाजकों को 100 मि० लि० पृथक्कारी फनलों की श्रेणी में अन्तर्लित कीजिए तथा ठीक उसी प्रकार अप्रसर होइए जैसा ऊपर विहित है। घोलों के शुद्धीकृत अवशोषणांक का उनके ताम्र के अंश की तुलना में ग्राफ आलेखित कीजिए।

टिप्पण :—यदि विस्मय का सन्देह हो तो उसे पृथक् करना होगा या अन्यथा लेखा जोखा देना होगा।

परिकलन

ब्लैक के लिए अभिप्राप्त मूल्य को परीक्षण घोल के लिए अभिप्राप्त मूल्य में से घटा कर शुद्धीकृत अवशोषणांक का परिकलन कीजिए तथा अंशान्त वक्र से ताम्र का उत्थानी द्रव्यमान पढ़िए।

$$\text{ताम्र (सी यू) द्रव्यमान द्वारा प्रतिशत} = \frac{\text{एम}_1}{\text{एम}_2} \times 100$$

जहां—

एम 1—परीक्षण घोल के दिए हुए अशेषभाजक में यथा अवधारित ताम्र का ग्राम में द्रव्यमान हो, तथा

एम 2—परीक्षण घोल के अशेषभाजक में विद्यमान द्रव्य का ग्राम में द्रव्यमान।

डिथिजोन का उपयोग करते हुए वर्गमितीय पद्धति द्वारा सीसे का अवधारण :

उपकरण :

नेसलर सिलिण्डर—50 मि० लि० धारिता

अभिकर्मक :

1. मानक सीसा घोल—सीसा नाइट्रेट [पी बी (एन ओ3) 2] का 0.40 ग्राम जल में घोलिए जिसमें सांद्रित नाइट्रेट अम्ल का 2 या 3 मि० लि० हो तथा मात्रा को जल से 1000 मि० लि० बनाइए। इस घोल के 10 मि० लि० को अनुमापी फ्लास्क घोल में अन्तर्गत कीजिए, सांद्रित नाइट्रेट अम्ल का 2 या 3 मि० लि० मिलाइए तथा 1000 मि० लि० तक जल से तनूकृत कीजिए। इस घोल के 1 मि० लि० में सीसा (पी बी) का 2.5 मि० ग्राम होता है। तनूकृत घोल ताजा तैयार किया जाएगा।

2. तनू एमोनियम हाइड्रोक्साइड—1 एन लगभग।

3. अभिकर्मक क—हाइड्रोप्रोतियम सिट्रेट का 20 ग्राम या साइट्रिक अम्ल का 22 ग्राम तथा हाइड्रोक्सोलेमार्इन हाइड्रोक्लोराइड का 4 ग्राम लगभग 200 मि० लि० जल में घोलिए। तनू एमोनियम हाइड्रोक्साइड मिलाइए जिससे कि पी एच 8.5 तक हो जाए। इस घोल को 500 मि० लि० तक तनूकृत कीजिए। 0.01 प्रतिशत डाइथिजोन घोल के 15 मि० लि० प्रभागों के साथ निष्कषित करके इस घोल को इस प्रकार तब तक शोधित कीजिए जब तक कि डाइथिजोन निष्कषण का अंतिम रंग हरा न हो जाए। जलीय अवशेष प्रभाग को क्लोरोफार्म के 25 मि० लि० प्रभागों से तीन बार तथा अन्ततः कार्बन टेट्राक्लोराइड के 25 मि० लि० प्रभाग से प्रक्षालित कीजिए।

4. डाइथिजोन—(डाइहेनोइल थियोकार्बीजोन या फेनिलजोथियोनोकार्मिक अम्ल) घोल—डाइथिजोन का 0.01 ग्राम कार्बन टेट्राक्लोराइड के 100 मि० लि० में घोलिए तथा एक षण्टे तक बीच बीच में हिलाते जाइए। रात भर रखे रहने दीजिए तथा उपयोग के पहले एक बार फिर हिलाइए। यह ठण्डे और अंधेरे स्थान में रखा जाएगा। इससे 0.01 प्रतिशत घोल प्राप्त होता है। यदि आवश्यक हो तो छानिए। इस घोल के 10 मि० लि० को 100 मि० लि० के अनुमापी फ्लास्क में कार्बन टेट्राक्लोराइड के साथ 100 मि० लि० तक तनूकृत कीजिए। इसे अवधारण के पहले ताजा तैयार किया जाएगा। इससे 0.01 प्रतिशत का घोल प्राप्त होता है।

विधि-1—प्रयुक्त कार्बन टेट्राक्लोराइड का और शोधन किया जाना चाहिए। कार्बन टेट्राक्लोराइड का 1 लि० तनू एमोनियम हाइड्रोक्साइड के 25 मि० लि० के दो प्रभागों के साथ निष्कषित किया जाता है तथा तत्पश्चात् सक्रियित कार्बन के 100 ग्राम पर रखा जाता है। प्रयोग के पहले इसे थोड़े से ताजे चूने पर लगभग 80° से पर निधारा और आसवित किया जाता है।

विधि-2—कभी कभी डाइथिजोन पिण्ड और उसके 0.01 प्रतिशत के घोल भण्डारण पर क्षय हो जाते हैं। अतः 0.01 प्रतिशत घोल का, आगे तनूकरण के पहले, घोल के 2 मि० लि० को 1 प्रतिशत एमोनियम हाइड्रोक्साइड के 5 मि० लि० के साथ हिला कर परीक्षण किया जाना चाहिए। यदि कार्बनिक परत इन दशाओं में केवल हल्की पीत पाई जाती हो तो घोल को प्रयुक्त किया जा सकेगा। यदि यह अत्यधिक रंगी हुई हो तो उसे त्यक्त कर दिया जाएगा और नया घोल तैयार किया जाएगा। घोल तथा अभिकर्मक किसी रेफ्रीजरेटर में भण्डारित किए जाने चाहिए तथा विश्लेषीय कार्य के दौरान धूप के प्रति

अनावरण से बचा जाना चाहिए। 0.01 प्रतिशत घोल के स्थायित्व को बढ़ाने के लिए सल्फर डाइआक्साइड से संतृप्त पतली जलीय परत से आबूत किया जाना चाहिए।

5. थाइमोल ब्लू इण्डिकेटर घोल—परिशोधित स्प्रिट में 1 प्रतिशत (एम/बी) घोल।

प्रक्रिया :

मानक सीसा घोल के अनेक अशेषमाजकों को अनेक पृथक्कारी फनलों में लीजिए, 5 मि० लि० जल तथा अभिकर्मक का 5 मि० लि० मिलाइए। तत्पश्चात् 2 बूंद थाइमोल ब्लू इण्डिकेटर मिलाइये तथा तनु अमोनियम हाइड्राक्साइड मिलाकर घोल के पी एच को 8.5 तक लाइए। डाइथिजोन घोल के 5 मि० लि० मिलाइए और लगभग 10 सेकण्ड तक भली प्रकार हिलाइए। कार्बनिक परतों को डाटदार नेसलर सिलिण्डरों में डालिए।

2. ऊपर III-क-1 में अभिप्राप्त अवशेष को तनु नाइट्रिक अम्ल में घोलिए और जल से तनूकृत कीजिए। घोल के एक उपयुक्त अशेषमाजक को लीजिए और पृथक्कारी फनल में अन्तरित कीजिए। रंग को ऊपर विहितानुसार विकसित कीजिए। कार्बनिक परत को एक डाटदार नेसलर सिलिण्डर में डालिए, तनु एमोनियम हाइड्राक्साइड का 10 मि० लि० तक हिलाइए और लगभग 10 मिनट तक हिलाइए। विकसित रंग की मानक घोलों के रंगों से तुलना कीजिए। मानक की मात्रा को नोट कीजिए जिसके साथ परीक्षण घोल का रंग मिलता है।

टिप्पण— यदि परीक्षण घोल का रंग दो मानक घोलों के बीच माध्यम है तो उस श्रेणी के अधिक संख्या में मानक घोलों को लेकर प्रयोग की पुनरावृत्ति की जाती है और ठीक सुमेल रंग निकाला जाता है।

परिकलन :

$$\text{भारी धातुएं (पी बी), द्रव्यमान द्वारा प्रतिशत} = \frac{100 \times \text{बी} \times \text{एफ}}{\text{एम}}$$

जहाँ—

बी = परीक्षण घोल के साथ सुमेल मानक सीसा घोल की मि० लि० में मात्रा।

एफ = मानक सीसा घोल के 1 मि० लि० के समतुल्य, भारी धातुओं (पी० बी०) का ग्राम में द्रव्यमान।

एम = परीक्षण के हेतु लिए गए अशेषमाजक में द्रव्य का ग्राम में द्रव्यमान।

V नूना द्रव्य में मैग्नेशियम का अवधारण

अभिकर्मक

क. एरिथ्रोक्रोम ब्लैक टी इण्डिकेटर—एरिथ्रोक्रोम ब्लैक टी के 0.1 ग्रा० को मैथाइल एल्कोहल के 25 मि० लि० में घोलिए।

क. अमोनियम हाइड्राक्साइड—अमोनियम क्लोराइड बकर घोल—अमोनियम हाइड्राक्साइड (20 प्रतिशत डब्ल्यू/डब्ल्यू) का 350 मि० लि० अमोनियम क्लोराइड के 54 ग्रा० के साथ मिश्रित कीजिए। जल से तनूकृत कीजिए और मात्रा को 100 मि० ली० बना लीजिए (घोल का पी एच 10 से अधिक नहीं होना चाहिए)।

ग. मानक मैंगनीशियम घोल—0.01 एम मैंगनीशियम सल्फेट (एम जी एस ओ, 7 एच₂ ओ) के 2.4640 ग्रा० को तोलिए और उसे जल में घोलिए। मात्रा को एक लिटर तक कर दीजिए।

घ. एथिलीनडाइएमीन टेस्ट्रा—एसिटिक (इडी टी ए) घोल—डाइसोडियम एथिलीनडाइएमीन टेस्ट्रा—एसेटेट डाइहाइड्रेट के 3.72 ग्रा० को जल में घोलिए और मात्रा को एक लिटर तक कर लीजिए।
प्रक्रिया

इ डी टी ए घोल का मानकीकरण—मानक मैंगनीशियम घोल का 10 मि० लि० एक शक्वाकार फ्लास्क में लीजिए। 20 मि० लि० जल, एरिओक्रोम ब्लैक टी इण्डिकेटर का एक मि० लि० और अमोनियम हाइड्रक्साइड—अमोनियम क्लोराइड बफर घोल का 25 मि० लि० मिलाइए। 40° से 50° सें० तक गर्म कीजिए और तत्पश्चात् इ डी टी ए घोल से, 40° से 50° सें० के बीच ताप रखते हुए तब तक अनुमानित कीजिए जब तक कि रंग मदिरा रक्त से बदलकर सुस्पष्ट नील नहीं होता है।

$$\text{इ डी टी ए घोल की मोलरता} = \frac{10 \text{ एम}_1}{\text{बी}_1}$$

जहां—

एम₁ = मानक मैंगनीशियम घोल की मोलरता, तथा

बी₁ = अनुमापन के लिए प्रयुक्त इ डी टी ए घोल की मि० लि० में मात्रा

V नमूना द्रव्य में मैंगनीशियम का अवधारण

III-क (ताम्र के अपसारण के पश्चात्) से निस्संद लीजिए, सांद्रित नाइट्रिक अम्ल के कुछ बिन्दु मिलाइए, उबालिए और ठंडा कीजिए तथा तत्पश्चात् ठोस अमोनियम क्लोराइड (2ग्राम) मिलाइए, उबालिये और ठंडा कीजिए, अमोनियम हाइड्रक्साइड तब तक मिलाइए जब तक अमोनिया की प्रबल गंध निकले तथा अवक्षेप को सेंट्रिफ्यू मूषा में छानिए, इस निस्संद को लीजिये और तनू सल्फ्यूरिक अम्ल तब तक मिलाइए जब तक कि घोल अम्लीय हो (मैथिल रेड से परीक्षण कीजिये), घोल को उबलने के लिये गर्म कीजिये तथा डाइअमोनियम हाईड्रोजन फास्फेट के अतिरिक्त को, निरंतर हिलाते हुए, मिलाइए। एमोनिया घोल का 10 प्रतिशत तब तक निरंतर हिलाते हुए मिलाइए जब तक घोल ठीक क्षारीय हो (मैथिल रेड से परीक्षण कीजिये)। जिक अमोनियम फास्फेट का श्वेत अवक्षेप उठेगा (अवक्षेपण के लिये अनुकूलतम पी एच 6-7 है), इसे 3-4 घंटे तक स्थिर होने दीजिए। बाटमैन फिल्टर पत्र सं० 40 में से छानिये। निस्संद का एक अनुमापी फ्लास्क में संग्रह कीजिये। मात्र (अर्थात् 40 मि० लि०) तैयार कीजिए। मैंगनीशियम के अवधारण के लिये उपयुक्त अवशेष भाजक (अर्थात् 10 मि० लि०) लीजिये। जल के 20 मि० लि० एरिओक्रोम ब्लैक टी इण्डिकेटर का 1 मि० लि० और अमोनिया हाइड्रक्साइड एमोनिया क्लोराइड बफर घोल के 20 मि० लि० मिलाइए। 40° से 50° सें० तक गर्म कीजिए और मानक इ डी टी ए घोल से 40° से 50° सें० के बीच ताप रखते हुए तब तक अनुमापित कीजिए जब तक कि रंग मदिरा रक्त से बदल कर सुस्पष्ट नील न हो जाए।

0.01 एम- इ डी टी ए का 1 मि० लि० = मैंगनीशियम का 0.2432 मि० ग्रा०

$$\% \text{ मैंगनीशियम} = \left[\frac{X \times 0.2432}{5} \right]$$

जहाँ—

X = अनुमापन के लिए प्रयुक्त 0.1 एम इ डी टी ए की मात्रा

परिकलन फंक्टर 5 यह अवधारणा करने पर व्युत्पन्न होता है कि द्रव्य का 5 मि० घा० परीक्षण के लिए लिया गया है और अभिप्राप्त निर्यद 100 मि० लि० है जिसमें 10 मि० लि० अनुमानित है ।

VI पी एच का अवधारण

द्रव्य का 5 मि० घा० ताजे, उबालि और ठण्डा किए हुए जल में घोलिए । 25 मि० लि० तक तनुकृत कीजिए और मिश्रित कीजिए । घोल का पी एच मान पी एच मीटर से अवधारित कीजिए ।”

[सं० 10-11/76-एस० टी० यू०]

पी० एस० कोहली, संयुक्त सचिव ।

CORRIGENDA

In the Gazette of India Part 2, Sec. 3, Sub-section (i) Issue No. 332 of 6th October, 1976, Ministry of Agriculture and Irrigation, Order No. G.S.R. 832(E), dated 6th October, 1976, the following corrections may be made:—

- (i) On page 2473 in sub-clause (2) of clause 1 in last but one line read "Karikal" for "Karalkal".
- (ii) On page 2475 in Explanation (i) under clause 4 in the first line read "belt" for "bell".

महा प्रबन्धक, भारत सरकार मूद्रणालय, मिन्टो रोड, नई दिल्ली द्वारा
मुद्रित तथा नियंत्रक, प्रकाशन विभाग, दिल्ली द्वारा प्रकाशित 1976

PRINTED BY THE GENERAL MANAGER, GOVERNMENT OF INDIA PRESS, MINTO ROAD,
NEW DELHI AND PUBLISHED BY THE CONTROLLER OF PUBLICATIONS, DELHI, 1976

